

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭64-24046

⑪ Int.Cl.<sup>4</sup>

C 03 B 37/027

識別記号

庁内整理番号

Z-8821-4G

⑬ 公開 昭和64年(1989)1月26日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑭ 発明の名称 フッ化物光ファイバ線引き炉

⑮ 特 願 昭62-180482

⑯ 出 願 昭62(1987)7月20日

⑰ 発 明 者 坂 口 茂 樹 茨城県那珂郡東海村大字白方字白根162番地 日本電信電話株式会社茨城電気通信研究所内  
⑱ 発 明 者 大 石 泰 丈 茨城県那珂郡東海村大字白方字白根162番地 日本電信電話株式会社茨城電気通信研究所内  
⑲ 発 明 者 藤 浦 和 夫 茨城県那珂郡東海村大字白方字白根162番地 日本電信電話株式会社茨城電気通信研究所内  
⑳ 出 願 人 日本電信電話株式会社 東京都千代田区内幸町1丁目1番6号  
㉑ 代 理 人 弁理士 雨宮 正季

#### 明細書

発明の名称

フッ化物光ファイバ線引き炉

特許請求の範囲

(1) 棒状のフッ化物ガラス母材をヒータにより部分的に加熱して光ファイバに線引きするフッ化物光ファイバ線引き炉において、前記ヒータと同軸状に配置された高純度アルミニウム製の炉心管を備えたことを特徴とするフッ化物光ファイバ線引き炉。

発明の詳細な説明

(発明の産業上利用分野)

本発明は、フッ化物光ファイバ線引き炉、さらに詳細には、機械的強度の優れたフッ化物光ファイバを線引きするための線引き炉に関するものである。

(発明の従来技術)

ZrF<sub>4</sub>を主成分とする多成分フッ化物ガラス光ファイバは波長2.5 μm付近で石英系光ファイバを凌ぐ0.01dB/km以下の損失が期待される。このため、多くの研究が行われているが、これまでに光損失0.7dB/kmが実現されている(T.Kanamori & S.Sakaguchi, Jpn.J.Appl.Phys., vol.25, 1986, pp.L468)。

ZrF<sub>4</sub>系フッ化物光ファイバの作製は、固相原料パッチを約900℃で溶融し、融液を鋳型に注いで急冷して母材となし、さらに約300℃に加熱して線引きするものである。ここで、線引きにおいては線引き加熱時に母材表面に生じる結晶化の防止が課題であった。これに対して母材をFEP管に挿入し、一括して加熱延伸することである程度の結晶化の防止が図られた。しかし、この場合において得られたファイバの引張り試験を行うと引張り強度は高々250MPaであった。

フッ化物ガラス母材の表面結晶化は、本質的に加熱温度、時間に依存するものであるが、加熱雰

囲気中の水分による加水分解に促進される。このため、雰囲気中にHFガス等を流入させることで加水分解が抑制され、従って、結晶化の抑制に有効である。

#### 〔発明が解決する問題点〕

しかし、このような強い腐食性ガスに耐える材料は貴金属類やカーボン等に限られていた。貴金属を用いることはかなり高価になること、またカーボンを用いた場合にはガスの透過や耐食性に劣る等の問題があった。

本発明は上述の点に鑑みなされたものであり、耐食性の点を解決したフッ化物光ファイバ線引き炉を提供することにある。

#### 〔問題点を解決するための手段〕

上記問題点を解決するため、本発明は、棒状のフッ化物ガラス母材をヒータにより部分的に加熱して光ファイバに線引きするフッ化物光ファイバ線引き炉において、前記ヒータと同軸状に配置さ

れた高純度アルミニウム製の炉心管を備えたことを特徴としている。

本発明によれば、炉心管に耐食性を持たせるため、高純度アルミニウムで作製することを最も主要な特徴とする。従来の技術とは、線引き加熱雰囲気中にフッ素化合物ガスを容易に導入できる点異なる。

フッ素化合物ガスとしては、フッ化物ガラス表面での加水分解の抑制に、特にHFガスが有効であるが、線引き時の温度300℃近傍で耐食性が高い材料としては、貴金属以外に鉄、ニッケル、モネル等が知られている。これらは、貴金属はHFガスと反応しないが、他は表面にフッ化物の不動態を作ること耐食性がある。これらのフッ化物は蒸発し、フッ化物ファイバに混入することがあり、この場合吸収損失の原因となる。アルミニウムの場合は不動態化することでは同じであるが、蒸発し、フッ化物ファイバに混入したとしても吸収損失を引き起こさない。

本発明に使用される高純度アルミニウムは、99.9

%以上の純度であることが望ましい。純度が99.9%未満の純度であると、耐食性が充分でない腐を生じるからである。

#### 〔実施例〕

第1図は本発明の実施例の線引き炉の断面図であり、1は母材、2はファイバ、3は上部ケーシング、3a、3bはOリング、4は下部ケーシング、4aはOリング、5はヒータ、6は炉心管、7はガス導入口、8はガス排気口である。

この図より明らかなように、線引き装置は母材1を線引きして光ファイバ2とするものであるが、この装置は上部ケーシング3と下部ケーシング4を備えているとともに、前記母材1を加熱するためのヒータ5が設けられた構造になっている。母材1はこの上部ケーシング3にOリング3aを介して挿入される。

前記炉心管6はこのヒータ5と同軸状に設けられており、上部ケーシング3および下部ケーシング4にそれぞれ、Oリング3b、4aを介して装着

されている。

また前記上部ケーシング3にはガス導入口7および下部ケーシング4にはガス排気口8が設けられており、炉心管6内をHFガス、アルゴンガスなどが通過できるようになっている。

この装置は、母材1をヒータ5で部分的に加熱延伸してファイバ2とするものであるが、このとき、ガス導入口7より液化アルゴンガスおよび乾燥HFガスの混合ガスを流入せしめ、ガス排気口8より排気するものである。

このような構造の線引き炉を用いてフッ化物ファイバを線引きし、引張り試験で評価した結果について示す。炉心管6は純度99.999%以上のアルミニウム材料を用いた。

母材は $57ZrF_4 - 34BaF_2 - 5LaF_3 - 4AlF_3$  (モル%)の組成である。外径8mmの母材を1モル $NH_4NO_3$ を1リットルの1N $HNO_3$ に溶かした溶液で室温15分間浸漬し、蒸留水で水洗し、真空乾燥後、さらに乾燥HF-Ar (流量比1:1) 気流中で200℃2時間保

持し、直ちに線引きした。線引き炉内には乾燥H<sub>2</sub>F-Ar（流量比1:1）を流入させた。線引き温度は330℃である。外径125 $\mu$ mにしたファイバは、線引き後直ちにUV硬化樹脂を約50 $\mu$ mの厚さに被覆した。得られたファイバをゲージ長1m、引張り速度59/min試料数50本で引張り試験を行った。引張り強度の平均値は1.3 GPa、最高1.6 GPa、最低0.3 GPaであった。低強度の場合破断の起点は内部であり、ガラス自体の品位によるものである。

なお、同様の条件で線引きを行い、全運転時間が100時間経過後にもアルミニウム製炉心管内部には目視で腐食した痕跡はなく、また線引きしたファイバの強度特性にも変化はなかった。またファイバの伝送損失にも何の変化も認められなかった。

#### （発明の効果）

以上説明したように、炉心管を高純度アルミニウムで作製することにより、フッ化物ガラス表面

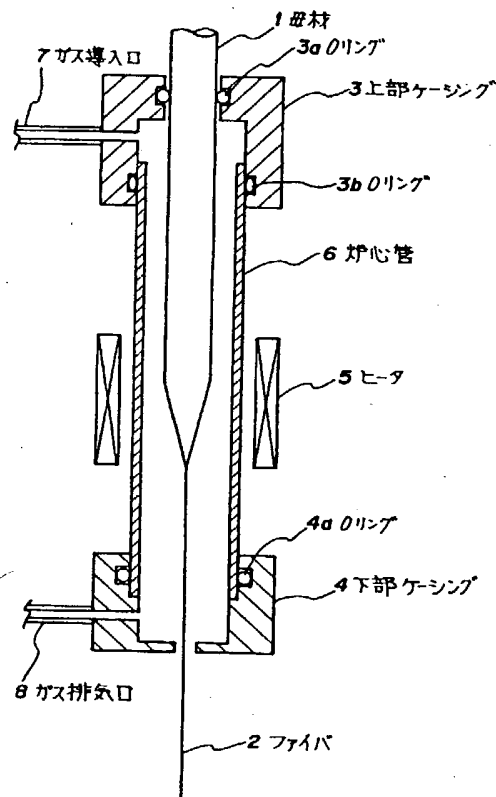
での加水分解の防止に有効なHFガス雰囲気に対する耐食性をもたせることができる。その結果、ガラス表面での結晶化を極めて効果的に抑制することができるため、高強度のフッ化物ファイバを線引きできる利点がある。

#### 図面の簡単な説明

第1図は本発明のフッ化物光ファイバ線引き炉の一実施例の断面図である。

1・・・母材、2・・・ファイバ、3・・・上部ケーシング、3a,3b・・・Oリング、4・・・下部ケーシング、4a・・・Oリング、5・・・ヒータ、6・・・炉心管、7・・・ガス導入口、8・・・ガス排気口。

出願人代理人 雨 宮 正 季



第1図